

? S PN=SU 1300321

S3 1 PN=SU 1300321

? T 3/3,AB/1

3/3,AB/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

007308691

WPI Acc No: 1987-305698/*198743*

XRFX Acc No: N87-228475

Materials thermo-mechanical fatigue test device - has sprung-cam mechanisms to form axial and flexural loadings

Patent Assignee: KHARKOV POLY (KHPO)

Inventor: ABRAMCHUK F I; MELEKESTSE G A; SHEKHOVTSO A F

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
SU 1300321	A	19870130	SU 3927445	A	19850710	198743 B

Priority Applications (No Type Date): SU 3927445 A 19850710

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
SU 1300321	A		4		

Abstract (Basic): SU 1300321 A

Sample (2) is fixed in clamps of spindles and springs are adjusted to set the initial stress, before motors are started. Cam (15) is turned and applies loading through a suspension and spring to the clamps, forming the high frequency loading formed in elements of engine combustion chambers.

Cam (19) acts through a push-rod, regulated bolt and spring, to form axial loading, simulating high frequency loading formed in combustion chambers. Light heater (28) forms a temperature wave in sample (2), simulating the temperature waves formed in the combustion chamber of an engine.

USE - Thermo-mechanical fatigue testing of materials used in I.C. engine combustion chambers. Bul.12/30.3.87. (4pp Dwg.No.1/5)

THIS PAGE BLANK (USPTO)



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1300021 A1

(51) 4 C 07 D 203/02

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3853533/23-04

(22) 05.02.85

(46) 30.03.87. Бюл. № 12

(72) В.М. Комаров, В.С. Борисенко,
А.Е. Бальцер и В.А. Бобылев

(53) 547.71.07(088.8)

(56) Авторское свидетельство СССР
№ 1266847, кл. C 07 D 203/02, 1985.

Jones G.D., Langsjoen A., Neu-
mann M., Neumann C., Lomlefer J. The
polymerisation of ethylenimine.
J. Org. Chem. 1944, v. 9, № 2,
p. 125-147.

(54) СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ 1-(2-АМИНО-
ЭТИЛ)-АЗИРИДИНА

(57) Изобретение касается гетероцик-
лических соединений, в частности вы-
деления 1-(2-аминоэтил)-азиридина
(АЗА), который применяют в синтезе
полимеров или биологически активных
веществ. Повышение выхода и чистоты
в процессе ректификации реакционной
смеси (РСМ) достигается тем, что
проводят обработку РСМ смесью алифа-
тических углеводородов (УГ), имеющих
т.кип. 65-105°C и предварительно об-

работанных водной щелочью до pH=8-10.
РСМ, образующаяся реакцией $C_2H_4Cl_2$,
этилендиамина (ЭДА), содержит H_2O ,
 $C_2H_4Cl_2$, ЭДА, примеси, пиперазин
(ПП) аминоэтилпиперазин (АЭП). Снача-
ла из РСМ дистилляцией отделяют H_2O ,
ЭДА и $C_2H_4Cl_2$, а затем ректификацией
в присутствии, например, гексана,
обработанного 10%-ным NaOH и разде-
ленного от воды, получают I фракцию
с т.кип. 64-69°C, которая при охлаж-
дении расслаивается. Верхний слой -
гексан с примесями, возвращают в на-
чало процесса, нижний - смесь ЭДА,
ПП, АЭП, следы УГ возвращают в ста-
дию синтеза АЗА; II - фракция с
т.кип. 70-127°C - гексан с АЗА воз-
вращают на повторное выделение АЗА.
III - фракция с т.кип. 128-130°C
представляет собой 99,7%-ный АЗА
с примесями АЭП. Выход 94,3% от за-
грузки, а с учетом возвратов 97,8%.
Кубовый остаток содержит АЭП и приме-
си полимера АЗА. Получение продукта
АЗА с использованием необработанного
гексана, обеспечивает выход 87,8
при 99,7%-ной чистоте.

09 SU (11) 1300021 A1

Изобретение относится к способу выделения 1-(2-аминоэтил)-азиридина, который используется для производства полимерных материалов и биологически активных веществ.

Цель изобретения - увеличение выхода и повышение чистоты 1-(2-аминоэтил)-азиридина.

Пример 1. Из реакционной смеси, полученной при взаимодействии дихлорэтана и этилендиамина, путем дистилляции отделяют воду, дихлорэтан, этилендиамин до появления в дистиллате следов 1-(2-аминоэтил)-азиридина.

На ректификацию 1-(2-аминоэтил)-азиридина поступает смесь состава:

	г.мас.	%
1-(2-аминоэтил)-азиридин	355	35,5
Пиперазин	161	16,1
Аминоэтилпиперазин	267	26,7
Этилендиамин	130	13,0
Вода	55	5,5
Примеси	32	3,2

Ректификация осуществлялась на колонне 12 теоретических тарелок, флегмовое число 1-1,5.

В реакционную смесь добавлено 200 г гексана, предварительно обработанного 10%-ным водным раствором гидроокиси натрия. Обработка проводилась путем встряхивания в делительной воронке 200 г гексана и 50 г водного раствора гидроокиси натрия. После отслаивания и разделения слоев получено 50 г водного раствора гидроокиси натрия (нижний слой) и 200 г гексана (верхний слой), pH гексана 8,2, температура кипения 65-68°C. При ректификации получены следующие фракции.

Фракция I, 64-69°C.

Состав:	г.мас.	%
Вода	55	9,9
Этилендиамин	130	23,5
Пиперазин	161	29,1
Примеси	16	2,9
Гексан	192	34,7

После охлаждения фракции I до температуры 20-22°C смесь расслаивается.

Верхний слой состава:

г.мас.	%
--------	---

Гексан	190	97,4
Примеси	5	2,6

Используется для повторного выделения 1-(2-аминоэтил)-азиридина.

5. Нижний слой, содержащий этилендиамин, пиперазин, воду, следы углеводородов, может повторно использоваться для синтеза 1-(2-аминоэтил)-азиридина или использован для получения этилендиамина и пиперазина.

10. Фракция II, т.кип. 70-127°C.

Состав:	г.мас.	%
Гексан	8	40
1-(2-аминоэтил)-азиридин	12	60

Фракция II возвращается при повторном выделении 1-(2-аминоэтил)-азиридина.

20. Фракция III, т.кип. 128-130°C.

Состав:	г.мас.	%
1-(2-аминоэтил)-азиридин	335,0	99,7

Примеси аминоэтилпиперазина и др. 1,0 0,3

Кубовый остаток состава:

Аминоэтил- пиперазин	267	92,1
Примеси	15	5,1

35. 1-(2-аминоэтил)-азиридин (полимер) 8 2,8

Выход 1-(2-аминоэтил)-азиридина

40. при разовой очистке составляет $\frac{335}{355} = 94,3\%$ от загрузки.

С учетом возвратов при повторной ректификации фракции II: $\frac{347}{355} = 97,8\%$

45. от загрузки.

Пример 2. На ректификацию взята реакционная смесь, полученная при взаимодействии дихлорэтана и этилендиамина.

Состав:	г.мас.	%
1-(2-аминоэтил)-азиридин	449	44,9
Этилендиамин	253	25,3
Пиперазин	181	18,1
Аминоэтилпиперазин	36	3,6

Дихлорэтан	3	0,3
Вода	78	7,8

В реакционную смесь добавлено 200 г углеводородной смеси с т. кип. 90-105°C, полученной при дистилляции бензина БТ-70. Смесь углеводородов предварительно обработана 20 г 30%-ного раствора гидроокиси калия путем встряхивания в делительной воронке. После отделения нижнего слоя (гидроокиси калия) получена углеводородная смесь в количестве 200 г с pH=10. Ректификация осуществлялась на колонне 12 теоретических тарелок, флегмовое число 2, получены следующие фракции.

Фракция I, т. кип. 87-106°C.

Состав:	г.мас.	%
Этилендиамин	253	35,9
Пиперазин	181	25,7
Дихлорэтан	3	0,4
Вода	78	11,1

1-(2-амино-этил)-азиридин	9	1,3
Углеводороды	180	25,6

Фракция I после охлаждения до 30°C разделена на два слоя.

Верхний слой состава:

	г.мас.	%
Углеводороды	178	95,2
1-(2-амино-этил)-азиридин	6	3,2
Примеси	3	1,6

Верхний слой поступает для повторного использования при выделении 1-(2-аминоэтил)-азиридина.

Фракция II, т. кип. 107-129°C.

Состав:	г.мас.	%
Углеводороды	20	36,4
1-(2-амино-этил)-азиридин	35	63,6

Поступает для повторного использования.

Фракция III, т. кип. 129-130°C.

Состав:	г.мас.	%
1-(2-амино-этил)-азиридина	393	99,7
Примеси	1	0,3
Кубовый остаток	состава:	
	г.мас.	%

Аминоэтил-пиперазин	35	74,5
1-(2-амино-этил)-ази-		

ридин (полимер)	12	25,5
-----------------	----	------

Выход целевого продукта при разовой очистке $\frac{393}{445} = 87,5$, с учетом возвратов для повторной разгонки выход 1-(2-аминоэтил)-азиридина $\frac{414}{439} = 92,2\%$.

Пример 3. Ректификация смеси аналогична примеру 1 без предварительной обработки гидроокисью натрия.

К реакционной смеси добавлено 200 г гексана pH=6,2.

Получены фракции I и II аналогично примеру 1.

Фракция III, т. кип. 128-130°C.

Состав:	г.мас.	%
1-(2-амино-этил)-азиридин	300	99,7
Примеси	1	0,3

Кубовый остаток состава:

	г.мас.	%
Аминоэтил-пиперазин	267	82,2
Примеси	15	4,6

1-(2-амино-этил)-азиридин	43	13,2
---------------------------	----	------

Выход 1-(2-аминоэтил)-азиридина с учетом использования второй фракции для повторного использования $\frac{312}{355} = 87,8\%$ от загруженного.

Пример 4. На ректификацию взята смесь, получаемая взаимодействием этилендиамина с окисью этилена с последующей сульфотерификацией аминоэтилэтанолamina и его циклизацией.

Взята смесь следующего состава:

	г.мас.	%
1-(2-амино-этил)-азиридин	150	15
Пиперазин	240	24
Аминоэтил-этанолamin	30	3
Аминоэтил-пиперазин и др.	180	18
Вода	400	40

Ректификация осуществлялась на колонне 12 теоретических тарелок, флегмовое число 1.

В реакционную смесь добавлено 200 г углеводородной смеси с т. кип.

80–100°C, полученной при дистилляции бензина. Смесь углеводородов предварительно обработана 20%-ным водным раствором гидроокиси натрия. После расслаивания получено 200 г углеводородов, pH=8.

При ректификации получены следующие фракции.

Фракция I, т.кип. 78–99°C.

Состав:	гр.	мас. %
Вода	400	49,4
Пиперазин	240	29,6
Углеводороды	170	21,0

Фракция I после охлаждения до 24°C разделена на два слоя.

Верхний слой состава:

	гр.	мас. %
Углеводороды	169	98,8
Пиперазин	2	1,2

Верхний слой поступает для повторного выделения 1-(2-аминоэтил)-азиридина.

Фракция II, т.кип. 99–129°C.

Состав:	гр.	мас. %
Углеводороды	30	46,1
1-(2-аминоэтил)-азиридин	35	53,9

Фракция II используется для повторной ректификации.

Фракция III, т.кип. 129–130°C.

Состав:	гр.	мас. %
---------	-----	--------

1-(2-аминоэтил)-азиридин

Примеси

Кубовый остаток состава:

гр. мас. %

Аминоэтил-

этанолламин

Аминоэтил-

пиперазин

и др. примеси

1-(2-амино-

этил)-ази-

ридин

Выход целевого продукта при раз-

овой очистке 66,7%, с учетом возвратов для повторной ректификации выход 1-(2-аминоэтил)-азиридина 90%.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ выделения 1-(2-аминоэтил)-азиридина из реакционной смеси путем ректификации, отличающийся тем, что, с целью увеличения выхода и повышения чистоты целевого продукта, реакционную смесь подвергают взаимодействию со смесью алифатических углеводородов с т.кип. 65–105°C, предварительно обработанной водным раствором щелочи до pH 8–10.

Составитель В. Теренин

Редактор В. Ковтун

Техред А. Кравчук

Корректор Л. Патай

Заказ 1118/25

Тираж 372

Подписное

ЕНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4

BEST AVAILABLE COPY